



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 058 988** <sup>(13)</sup> **C1**  
(51) Int. Cl.<sup>6</sup> **C 09 C 1/00**

RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 5031607/26, 10.03.1992

(46) Date of publication: 27.04.1996

(71) Applicant:  
Nauchno-proizvodstvennoe obshchestvo "NOTEK,  
Ltd Ko" (UA)

(72) Inventor: Skachkov Aleksandr  
Nikolaevich[RU],  
Skachkova Marija Aleksandrovna[RU], Syrkin  
Vitalij Grigor'evich[RU], Adamova Julija  
Aleksandrovna[RU]

(73) Proprietor:  
Nauchno-proizvodstvennoe obshchestvo "NOTEK,  
Ltd Ko" (UA)

(54) **PROCESS FOR PREPARING PIGMENTS OF DIFFERENT COLORS**

(57) Abstract:

FIELD: chemical industry. SUBSTANCE:  
process for preparing pigments of different  
colors with metallic luster comprises  
oxidizing iron pentacarbonyl (IPC) or nickel  
tetracarbonyl (NTC) with oxygen-containing  
gas in movable fluidized bed of particles  
from aluminium or graphite at 20-100 C in  
the presence of inert gas to broader color

range, pigments prepared by oxidation with  
FPC are additionally treated at 250-400 C.  
The color of pigments made of IPC is bronze  
on aluminium or blue-green of graphite, the  
colors of pigments from NTC are yellow,  
green, or violet of aluminium, and green on  
graphite, all having metallic luster.  
EFFECT: more efficient preparation process.  
4 cl, 1 tbl

RU 2 058 988 C1

RU 2 058 988 C1

Изобретение относится к технологии получения пигментов различного цвета с металлическим блеском на основе алюминиевых и графитовых частиц чешуйчатой формы, которые могут быть использованы при изготовлении эмалей и красок на различных полимерных основах, а также при изготовлении различных предметов косметики, например пудры, грима, лака для ногтей, и в качестве наполнителей для пластмасс, керамики, цемента.

Окисление карбониллов кислородсодержащими газами позволяет получать пигменты на основе оксидов металлов.

Известен способ получения порошков железоксидных пигментов различного цвета при сжигании пентакарбонила железа (ПКЖ) в кислороде или кислородсодержащем газе при температуре горения 300-1500 °C [1]

Известен также способ получения железоксидных и никельоксидных пигментов различного цвета, в частности красного и коричневого цвета для железоксидных и зеленого для никельоксидных пигментов на частицах слюды чешуйчатой формы, согласно которому ПКЖ или тетракарбонил никеля (ТКН) окисляют кислородсодержащим газом в подвижном кипящем слое при 150-450 °C и концентрации ПКЖ или ТКН в реакционной газовой смеси, не превышающей 5 об. [2]

При осуществлении этого способа на поверхности слюдяных частиц образуются пленки оксидов железа или оксидов никеля соответствующего, как указано выше, цвета и получают соответственно того же цвета пигменты с металлическим блеском.

Однако по данному способу пленки оксидов окрашивающих металлов покрывают поверхность слюдяных частиц неравномерно, что ухудшает свойства пигментов.

Задача изобретения получение пигментов различного цвета с металлическим блеском на основе алюминиевых и графитовых частиц чешуйчатой формы с равномерным покрытием чешуйчатых частиц оксидами железа или никеля с широкой цветовой гаммой.

Задача решается с помощью способа получения пигментов различного цвета с металлическим блеском на основе алюминиевых и графитовых частиц чешуйчатой формы, заключающееся в том, что ПКЖ или ТКН окисляют кислородсодержащим газом в подвижном кипящем слое при 20-100°C.

Процесс окисления по данному способу целесообразно проводить в присутствии химически инертного газа.

Пигменты, полученные в результате окисления ПКЖ, целесообразно также термообработать в воздушной среде при 250-400°C.

Проведение процесса окисления ПКЖ или ТКН при 20-100°C позволяет получить равномерное покрытие чешуйчатых частиц алюминия или графита пленками оксидов железа или никеля и широкую цветовую гамму пигментов с металлическим блеском. При окислении ПКЖ на поверхности чешуек образуется тонкая пленка из  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , а получаемые пигменты в зависимости от толщины пленки имеют бронзовый цвет от светлого до темного тонов с металлическим

блеском на основе алюминиевых частиц или сине-зеленый металлический блеск на черном фоне на основе графитовых частиц.

Окисление ТКН на поверхности чешуек алюминия или графита приводит к образованию на их поверхности пленки оксида никеля NiO, а получаемые пигменты имеют цвет от желтого до зеленого и фиолетового с металлическим блеском на чешуйках из алюминия, в то время как пигменты на графитовых частицах зеленый металлический блеск на черном фоне.

Применение химически инертного газа замедляет процесс окисления карбониллов и тем самым улучшает равномерность покрытия чешуйчатых частиц оксидами металлов, позволяет расширить цветовую гамму получаемых пигментов.

Дополнительная термообработка пигментов, полученных окислением ПКЖ при 250-400°C, позволяет расширить цветовую гамму получаемых пигментов. В этих условиях происходит рекристаллизация гамма оксида железа в альфа-форму. Так, на основе алюминиевых частиц получены пигменты, имеющие золотой металлический блеск, а на графитовых частицах соответственно пигменты с красно-фиолетовым металлическим блеском на черном фоне.

Проведение процесса в иных температурных режимах ухудшает качество пигментов как по равномерности окрашивания частиц, так и по цвету пигментов.

В качестве частиц чешуйчатой формы для получения пигментов используют алюминиевые и графитовые порошки чешуйчатой формы с размером частиц от 5 до 300 мкм и толщиной от 0,1 до 1 мкм.

Предлагаемый способ получения железоксидных пигментов различного цвета с металлическим блеском на частицах чешуйчатой формы может быть осуществлен в стеклянном, вертикально расположенном цилиндрическом реакторе с лопастной мешалкой. Нагрев слюды до необходимой температуры в интервале от 20 до 100°C осуществляют с помощью электронагревателя. Навеску алюминиевых или графитовых порошков чешуйчатой формы помещают в реактор и нагревают до 20-100°C. В нижнюю часть реактора сначала подается кислородсодержащий газ, в том числе и воздух, очищенный от пыли на аэрозольных фильтрах, который формирует кипящий слой. Скорость вращения лопастной мешалки составляет 20-60 об/мин. ПКЖ или ТКН в смеси с химически инертным газом подается в механически перемешиваемый кипящий слой. Содержание кислорода в реакционной газовой смеси берут в избытке по отношению к ПКЖ или ТКН из расчета образования  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  или NiO соответственно.

В качестве химически инертного газа-разбавителя используют азот, гелий, аргон, диоксид углерода или другой химически инертный газ.

Конверсия ПКЖ практически всегда составляет 100% газообразными продуктами окисления ПКЖ являются оксиды углерода CO, CO<sub>2</sub>. Расход газообразных реагентов может контролироваться с помощью реометров.

Полученные пигменты в результате окисления ПКЖ могут быть дополнительно

термообработаны в электропечи, нагретой до 250-400°C, куда их помещают в металлическом поддоне. Цвет и равномерность покрытия чешуйчатых частиц оксидами определяют визуально или с помощью сканирующего электронного микроскопа, например Филипс SEM-505, а фазовый состав с помощью рентгеноструктурного анализа. Количество осажденного оксида определяют с помощью химического анализа или по изменению веса навески.

Цвет получаемого пигмента определяется также длительностью проведения процесса окисления, а также фактом его дополнительной термообработки.

Получаемые пигменты имеют высокую текучесть и не слеживаются при длительном хранении.

**П р и м е р 1.** В реактор загружают порошок алюминия чешуйчатой формы с размерами частиц 5-20 мкм в количестве 150 г и нагревают до 50°C. Воздух, формирующий в реакторе кипящий слой чешуйчатых частиц, подают с расходом 223 л/ч, скорость вращения механической мешалки составляет 30 об/мин. В нижнюю часть реактора подают смесь газообразного ПЮЖ с газом-разбавителем гелием. Расход ПЮЖ составляет 48 г/ч. Мольное отношение ПЮЖ и кислорода в газовой смеси в реакторе составляет ПЮЖ: O<sub>2</sub> 1:2,5. Концентрация ПЮЖ в смеси с газом-разбавителем составляет 5 об.

Через 1,3 ч процесс прекращают и получают 176 г равномерно окрашенного пигмента, имеющего бронзовый цвет с металлическим блеском. Концентрация оксида железа в полученном пигменте составляет 15 вес.

При термообработке полученного пигмента на воздухе при 250°C в течение 1 ч и после остывания получают те же 176 г равномерно окрашенного пигмента золотого цвета с металлическим блеском.

**П р и м е р 2.** В реактор загружают порошок графита чешуйчатой формы с

размерами частиц 50-150 мкм в количестве 100 г и нагревают до 50°C. Воздух, формирующий в реакторе кипящий слой слюды, подают с расходом 108 л/ч, скорость вращения механической мешалки составляет 30 об/мин. В нижнюю часть реактора подают смесь газообразного ПЮЖ с газом-разбавителем азотом. Расход ПЮЖ составляет 69,8 г/ч. Концентрация ПЮЖ в смеси с газом-разбавителем составляет 15 об.

Через 0,6 ч процесс прекращают и получают 118 г равномерно окрашенного пигмента, имеющего сине-зеленый цвет с металлическим блеском на черном фоне.

После термообработки пигмента на воздухе при 300°C в воздушной среде в течение 1,5 ч получают равномерно окрашенный пигмент красно-малинового цвета с металлическим блеском на черном фоне.

Параметры процесса получения и свойства пигментов по изобретению для нескольких примеров представлены в таблице.

#### Формула изобретения:

1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПИГМЕНТОВ РАЗЛИЧНОГО ЦВЕТА С МЕТАЛЛИЧЕСКИМ БЛЕСКОМ на основе частиц чешуйчатой формы, включающий окисление пентакарбонила железа или тетракарбонила никеля кислородсодержащим газом в подвижном кипящем слое частиц, отличающийся тем, что процесс окисления проводят при 20-100°C.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что частицы чешуйчатой формы используют из алюминия или графита.

3. Способ по пп.1 и 2, отличающийся тем, что процесс окисления проводят в присутствии химически инертного газа.

4. Способ по пп.1-3, отличающийся тем, что пигмент, полученный окислением пентакарбонила железа, дополнительно термообработывают в воздушной среде при 250-400°C.

RU 2058988 C1

При- мер	Материал чешуй- чатых частиц, дисперсность, тип карбонила, газ-разбавитель	Процесс окисления		Процесс термообработки	
		Темпера- тура, °C	Характеристика пигмента	Температу- ра, °C	Характеристика пиг- мента
1	Алюминий 5-10 мкм ПКЖ Гелий	50	Бронзовый цвет; металлический блеск; равномер- ная окраска ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - 10 вес. %)	250	Золотой цвет, метал- лический блеск, рав- номерная окраска
2	Алюминий 20-50 мкм ПКЖ $\text{CO}_2$	100	Фиолетовый цвет; металлический блеск; равномер- ная окраска ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - 50 вес. %)	400	Малиновый цвет, ме- таллический блеск, равномерная окра- ска
3	Графит 50-300 мкм ПКЖ	50	Сине-зеленый цвет; металличе- ский блеск на чер- ном фоне; равномерно окра- шенный ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - 45 вес. %)	300	Красно-малиновый цвет; металличе- ский блеск на чер- ном фоне; равномерная окра- ска
4	Графит 50-150 мкм ТКН	100	Зеленый цвет; ме- таллический блеск на черном фоне; равномерная окра- ска (NiO - 40 вес. %)		
5	Алюминий 5-20 мкм ТКН	75	Желтый цвет; ме- таллический блеск; равномерная окра- ска (NiO - 10 вес. %)		
6	Графит 50-300 мкм ПКЖ	20	Цвет латуни; метал- лический блеск на черном фоне; рав- номерное окраши- вание	300	Красно-золотой; ме- таллический блеск на черном фоне; равномерное окра- шивание

RU 2058988 C1

Пример	Материал чешуячатых частиц, дисперсность, тип карбонила, газ-разбавитель	Процесс окисления		Процесс термообработки	
		Температура, °C	Характеристика пигмента	Температура, °C	Характеристика пигмента
7	Графит 50-300 мкм ПКЖ Азот	100	( $\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 17 вес.%) Темно-вишневый цвет; металлический блеск на черном фоне; равномерное окрашивание ( $\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>5</sub> - 33 вес.%)	250	Цвет меди; металлический блеск на черном фоне; равномерное окрашивание
8	Алюминий 20-100 мкм ТКН	20	Светло-зеленый цвет; металлический блеск; равномерное окрашивание (NiO - 22 вес.%)	-	-
9	Алюминий 20-100 мкм ТКН Гелий	100	Зеленый цвет; металлический блеск; равномерное окрашивание (NiO - 31 вес.%)	-	-
*10	Алюминий 20-100 мкм ПКЖ Гелий	120	Тусклый кирпично-красный цвет; отсутствие блеска; неравномерное окрашивание; присутствие мелкодисперсного (1 мкм) порошка $\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-
*11	Графит 50-300 мкм ТКН Азот	115	Тусклый зеленый цвет; отсутствие блеска; неравномерное окрашивание; присутствие мелкодисперсного порошка NiO	-	-

\* Примеры для температуры окисления за пределами значений, соответствующих изобретению, в качестве сравнения.